



(11)Publication number:

2002-150547

(43) Date of publication of application: 24.05.2002

(51)Int.CI.

G11B 5/84 C03C 21/00 C03C 23/00

(21)Application number: 2000-337434

(71)Applicant: NIPPON SHEET GLASS CO LTD

(22)Date of filing:

06.11.2000

(72)Inventor: SAITO YASUHIRO

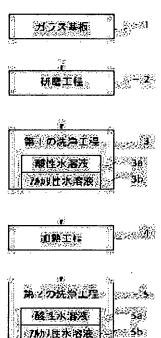
MITANI KAZUISHI KURACHI JUNJI

# (54) METHOD FOR MANUFACTURING GLASS SUBSTRATE FOR INFORMATION RECORDING MEDIUM

#### (57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To manufacture a glass substrate for information recording medium having excellent flatness and cleanness.

SOLUTION: A glass substrate 1 consisting of aluminosilicate-based glass material or the like is subjected to precision polishing treatment in a polishing stage 2 and the resultant glass substrate is washed by using an acid aqueous solution consisting of hydrofluoric acid and the like and an alkaline aqueous solution consisting of sodium hydroxide and the like in a successive first washing stage 3. The resultant glass substrate is subjected to heat treatment, preferably concurrently including chemically strengthening treatment in a fused salt, in a heating stage 4 to relax the permanent set formed on the surface of the glass substrate 1 and then the glass substrate 1 is washed again by using an acid aqueous solution 5a and an alkaline aqueous solution 5b in a second washing stage 5.



#### **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration] [Number of appeal against examiner's decision of rejection] [Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection] [Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

#### (19)日本国特許庁 (JP)

### (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2002-150547 (P2002-150547A)

(43)公開日 平成14年5月24日(2002.5.24)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>		識別記号	FΙ		7	f-7J-}*( <del>参考</del> )
G11B	5/84		G11B	5/84	Z	4G059
C 0 3 C	21/00	101	C 0 3 C	21/00	101	5 D 1 1 2
	23/00			23/00	Α	

#### 審査請求 未請求 請求項の数5 OL (全 11 頁)

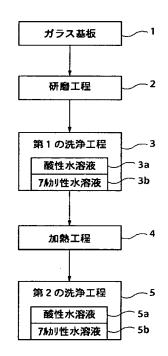
		田田田八	不明水 明水及0000 01 (至 II 以)
(21)出願番号	特願2000-337434(P2000-337434)	(71)出願人	000004008
(22)出願日	W#19#11 H & D (2000 11 g)		日本板硝子株式会社 大阪府大阪市中央区北浜四丁目7番28号
(22) 四顧日	平成12年11月 6 日(2000.11.6)	(72)発明者	斉藤 靖弘 大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号
		(72) 癸明者	日本板硝子株式会社内 三谷 一石
		(10/)09/14	大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号 日本板硝子株式会社内
		(74)代理人	100081880
			<b>弁理士 渡部 敏彦</b>

最終頁に続く

# (54) 【発明の名称】 情報記録媒体用ガラス基板の製造方法 (57) 【要約】

【課題】 優れた平坦性と清浄度を有する情報記録媒体 用ガラス基板を製造する。

【解決手段】 研磨工程2でアルミノシリケート系ガラス材等からなるガラス基板1に精密研磨処理を施し、続く第1の洗浄工程3ではフッ酸等の酸性水溶液及び水酸化ナトリウム等のアルカリ性水溶液を使用してガラス基板を洗浄する。次いで、加熱工程4では加熱処理、好ましくは溶融塩中で化学強化処理を兼ねた加熱処理を行ってガラス基板1の表面に形成されている永久歪みを緩和し、その後、第2の洗浄工程5では再度酸性水溶液5a及びアルカリ性水溶液5bでガラス基板1を洗浄する。



#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 ガラス基板に精密研磨処理を施した後、酸性水溶液及びアルカリ性水溶液を使用して第1の洗浄処理を行い、次いで加熱処理を行った後、さらに再度酸性水溶液及びアルカリ性水溶液を使用して第2の洗浄処理を行い、情報記録媒体用ガラス基板を製造することを特徴とする情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【請求項2】 前記加熱処理の処理温度は、前記ガラス基板の除歪点に相当する徐冷温度T℃に対し、(T-200) ℃以上の温度であることを特徴とする請求項1記載の情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【請求項3】 前記加熱処理は溶融塩中で行なうことを 特徴とする請求項1又は請求項2記載の情報記録媒体用 ガラス基板の製造方法。

【請求項4】 前記加熱処理は、ガラス基板を構成する 化学成分の一部のイオンを、前記溶融塩中に含まれる前 記イオンよりも大きなイオン半径を有するイオンに交換 する化学強化処理であることを特徴とする請求項3記載 の情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【請求項5】 前記酸性水溶液は、フッ酸、硫酸、塩酸、硝酸、スルファミン酸、及びリン酸の中から選択された少なくとも1種以上の酸を含有していることを特徴とする請求項1乃至請求項4のいずれかに記載の情報記録媒体用ガラス基板の製造方法。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は情報記録媒体用ガラス基板の製造方法に関し、より詳しくは優れた平滑性や 清浄度が要求される磁気ディスク等の情報記録媒体用ガラス基板の製造方法に関する。

#### [0002]

【従来の技術】近年、情報技術の進展は目覚しく、情報を記憶するための各種情報記録装置の開発も盛んに行われているが、これら情報記録装置の主流を占めるものとしてハードディスクドライブ(以下、「HDD」という)がある。

【0003】HDDは、ディスク基板上に形成されたデータゾーン上を磁気ヘッドが滑走することによって情報の記録再生を行ない、その駆動方式としては、CSS(Contact Start Stop)方式、又はランプロード方式が一般に知られている。

【0004】CSS方式は、CSSゾーンと呼称される数十nm程度の均一な微小凹凸を主としてディスク基板の内周又は外周に沿って設け、ディスク基板が回転している間は磁気ヘッドが基板のデータゾーン上を滑空し、ディスク基板が停止又は始動するときはディスク基板のCSSゾーン上を滑走する。

【0005】また、ランプロード方式は、ディスク基板 が回転している間は磁気ヘッドがディスク基板上を滑空 し、ディスク基板が停止するときは磁気ヘッドを所定の

#### 格納位置に収納する。

【0006】すなわち、上記CSS方式又はランプロード方式のいずれの場合においても、ディスク基板が回転している間は、磁気ヘッドをディスク基板から僅かに浮かせ、磁気ヘッドから数十nmの間隙(以下、「フライングハイト」という)を維持した状態でディスク基板の表面上を滑空する。

【0007】ところで、近年の情報記憶量の膨大化に伴い、小形で大きな記憶容量を有するHDDが要求されてきており、このため情報記録領域であるデータゾーンの高密度化が必要となってきている。そして、情報記録領域を高密度化するためには、前記フライングハイトを小さくする必要があり、このためディスク基板材料としては、小形化、薄板化が比較的容易で表面平滑性に優れ且つフライングハイトを小さくすることのできるガラス材料が広く使用されるに至ってきている。

【0008】そして、ディスク基板としてのガラス基板は、一般に、粗研削及び研磨処理を行った後、耐衝撃性や耐振動性を向上させるためにイオン交換法による化学強化処理が施されて製造される。

【0009】しかしながら、ガラス基板の一連の製造過程で鉄粉やステンレス等の金属粉がガラス基板の表面に付着したり、化学強化処理で使用する溶融塩がガラス基板の表面に付着し、或いは研磨処理で使用する研磨剤

(遊離砥粒)がガラス基板の表面に部分的に埋設又は固着し、その結果ガラス基板の表面には微小な凸部が多数 形成される場合がある。

【0010】そして、このように上記ガラス基板上に凸部が存在すると、高速回転しているガラス基板の凸部に磁気ヘッドが衝突して所謂ヘッドクラッシュが生じたり、或いは磁気ヘッドが前記凸部に衝突して発熱し、このため磁気ヘッドが異常信号を検知して誤作動する所謂サーマルアスペリティが発生する虞がある。特に最近では高感度のMR(magnetic resistance)ヘッド又はGMR(gigantic magneticresistance)ヘッドが主流になってきており、サーマルアスペリティの発生をより確実に回避することのできるガラス基板の出現が要請されている。

【0011】そこで、斯かる観点から精密研磨されたガラス基板を塩酸で洗浄することにより、ガラス基板上に付着している金属粉を除去する技術が既に提案されている(特開平10-228643号公報;以下、「第1の従来技術」という)。

【0012】また、溶融塩中で化学強化処理を行った 後、硫酸やリン酸等の酸を含む洗浄剤でガラス基板を洗 浄することにより、ガラス基板に付着した溶融塩を除去 する技術も提案されている(特開平9-22525号公 報;以下、「第2の従来技術」という)。

#### [0013]

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記第

1の従来技術ではガラス基板を塩酸で洗浄することによりガラス基板に付着した金属粉を除去することができ、また第2の従来技術では硫酸やリン酸等でガラス基板を洗浄することによりガラス基板に付着した溶融塩を除去することができるが、研磨処理によってガラス基板の表面に部分的に埋設又は固着した研磨剤の残留異物までは十分に除去することができず、このためガラス基板上には凸部が残存することとなって所望の清浄度を得ることができないという問題点があった。

【0014】斯かる問題点を解消する方策としては精密 研磨を行った後、ガラスに対し強力なエッチング作用を 有するフッ酸やケイフッ化水素酸等の酸性水溶液を使用 してガラス基板にエッチング処理を施し、ガラス基板に 埋設等された残留異物を除去することも考えられるが、 前記残留異物を除去するためには上述のような強力なエ ッチング作用を有する薬液を使用しなけらばならず、そ の結果、必然的に多量のエッチング処理が施され、この ため却って表面粗さRaが増大して表面平滑性を損なう という問題点が新たに生じる。すなわち、ガラスに対し て強力なエッチング作用を有するフッ酸やケイフッ化水 素酸等の酸性水溶液を使用してガラス基板にエッチング 処理を施した場合、研磨剤はエッチング除去されてもガ ラス基板の表面粗さRaが増大して該ガラス基板の表面 には突起が形成されるため、上述したヘッドクラッシュ やサーマルスペリティが発生するという新たな問題点が 生じる。

【0015】本発明はこのような問題点に鑑みなされたものであって、ディスク基板に要求される優れた平坦性と清浄度を有する情報記録媒体用ガラス基板を製造することのできる情報記録媒体用ガラス基板の製造方法を提供することを目的とする。

#### [0016]

【課題を解決するための手段】本発明者等は、精密研磨されたガラス基板の表面に埋設又は固着している研磨剤を除去する方法について鋭意研究した結果、酸性水溶液及びアルカリ性水溶液で適度なエッチング処理を行うことにより、ガラス基板表面に埋設又は固着している研磨剤をエッチング除去することができるという知見を得た。

【0017】しかしながら、精密研磨されたガラス基板の表面には研磨痕が残留しており、斯かる研磨痕が形成された研磨痕部は耐薬品性が向上するため、該研磨痕部と研磨痕が形成されていない非研磨痕部とではエッチング速度が異なり、したがって上記酸性水溶液及びアルカリ性水溶液を使用した洗浄処理のみでは均一なエッチング処理を行うことができないことが判明した。すなわち、研磨痕は物理的形状で識別できる痕跡ではなく、研磨剤(遊離砥粒)によってガラス基板の表面に応力が負荷されて形成された永久歪みである。このため、前記精密研磨されたガラス基板を酸性水溶液及びアルカリ性水

溶液でエッチング処理しても研磨痕が残留するため均一 なエッチング処理を行うことができず、ガラス基板の表 面には凹凸が形成される。

【0018】そこで、本発明者等は、前記研磨痕を除去すべく更に鋭意研究を行ったところ、加熱処理を行うことにより永久歪みが緩和されて研磨痕を除去することができるという知見を得た。

【0019】そして、上記加熱処理により研磨痕を除去した後、再度酸性水溶液及びアルカリ性水溶液を使用して洗浄処理を行うと、等方的にエッチング処理が施され、これにより磁気ディスクや光ディスク等のディスク基板の要求を満足し得る表面平滑性及び清浄度に優れた情報記録媒体用ガラス基板を得ることができるという知見を得た。

【0020】本発明はこのような知見に基づきなされたものであって、本発明に係る情報記録媒体用ガラス基板の製造方法は、ガラス基板に精密研磨処理を施した後、酸性水溶液及びアルカリ性水溶液を使用して第1の洗浄処理を行い、次いで加熱処理を行った後、さらに再度酸性水溶液及びアルカリ性水溶液を使用して第2の洗浄処理を行い、情報記録媒体用ガラス基板を製造することを特徴としている。

【0021】また、加熱処理の処理温度は、高温度の方が短時間で永久歪みを効率的に除去することができることから望ましく、除歪点に相当する徐冷温度(以下、「除歪点温度」という)をT℃とした場合 (T-20

「除歪点温度」という)をT℃とした場合、(T-20 0)℃以上に設定するのが好ましい。

【0022】尚、除歪点温度Tとは、ガラス基板を冷却する際に、永久歪みを除くために比較的短時間(15分程度)保つ温度のうち、ガラス材の粘度に換算して $2.5 \times 10^{12}$  Pa・sec ( $2.5 \times 10^{13}$ ポアズ)となる温度をいい、ガラス基板に含まれる化学組成によって決定される。

【0023】また、永久歪みの緩和を効率的に行う観点からは、前配加熱処理は、溶融塩中で行なうのが好ましい。

【0024】さらに前記加熱処理は、ガラス基板を構成する化学成分の一部のイオンを、前記溶融塩中に含まれる前記イオンよりも大きなイオン半径を有するイオンに交換する化学強化処理であるのが好ましい。

【0025】すなわち、情報記録媒体用ガラス基板においては、一般に、耐衝撃性や耐振動性を向上させるために化学強化処理を施して表面圧縮応力を高めることが行われるが、加熱処理が化学強化処理を兼ねることにより、製造工程が簡素化され、製造コストの低廉化を図ることができる。

【0026】さらに、前記酸性水溶液には、フッ酸、硫酸、塩酸、硝酸、スルファミン酸、及びリン酸の中から選択された少なくとも1種以上の酸を含有しているのが好ましく、斯かる酸を含有することにより、ガラスの表

面を精度よくエッチングすることができ、表面平滑性及 び清浄度に優れた情報記録媒体用ガラス基板を製造する ことができる。

[0027]

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態について詳説する。

【0028】図1は本発明に係る情報記録媒体用ガラス 基板の製造方法を示す製造工程図である。

【0029】本実施の形態では、ガラス基板 1 として、S i  $O_2$ : 5 5 mol%  $\sim$  7 0 mol%、A  $1_2O_3$ : 1 mol%  $\sim$  1 2.5 mol%、L i  $_2O$ : 5 mol%  $\sim$  2 0 mol%、N a  $_2O$ : 0 mol%  $\sim$  1 4 mol%、K  $_2O$ : 0 mol%  $\sim$  3 mol%、M g O: 0 mol%  $\sim$  8 mol%、C a O: 0 mol%  $\sim$  1 0 mol%、S r O: 0 mol%  $\sim$  6 mol%、B a O: 0 mol%  $\sim$  2 mol%、T i  $O_2$ : 0 mol%  $\sim$  8 mol%、Z r  $O_2$ : 0 mol%  $\sim$  4 mol% who say 0 the say 0 mol% 0 mol%

【0030】以下、上記組成範囲の設定理由について述べる。

【0031】S i  $O_2$ はガラスを構成する主成分であるが、その含有率が55 mol%未満になるとガラスの耐久性が悪化する一方、その含有率が70 mol%を超えると粘度が上がり過ぎて溶融が困難になる。このため、本実施の形態では、S i  $O_2$ の含有率を55 mol%  $\sim 70$  mol%に設定した。

【0032】Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>は化学強化処理時におけるイオン交換速度を高め、ガラスの耐久性を向上させる成分であり、また、酸性水溶液に対して溶出し易く、したがって酸性水溶液に対してエッチングを促進する成分である。しかし、その含有率が1mol%未満になると所期の効果を発揮することができず、一方その含有率が12.5mol%を超えると粘度が上がり過ぎて耐失透性が低下し、溶融が困難になる。このため、本実施の形態では、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の含有率を1mol%~12.5mol%に設定した。

【0033】  $\text{Li}_2\text{O}$ はアルカリ金属酸化物であり、化学強化処理時には大きなイオン半径を有するアルカリ金属イオンとイオン交換されると共に、ガラス溶解時の溶解性を高める成分であり、さらに酸性水溶液に対して溶出し易く、したがって酸性水溶液に対してエッチングを促進する成分である。しかし、その含有率が $5\,\text{mol}$ %未満の場合は、イオン交換後の表面圧縮応力が不足し、しかも粘度が上がって溶融が困難になる。一方、その含有率が $2\,0\,\text{mol}$ %を超えると化学的耐久性が悪化する。このため、本実施の形態では、 $\text{Li}_2\text{O}$ の含有率を $5\,\text{mol}$ % ~ $2\,0\,\text{mol}$ %に設定した。

【0034】 N $a_2$ OもL $i_2$ Oと同様、アルカリ金属酸化物であり、化学強化処理時には大きなイオン半径を有するアルカリ金属イオンとイオン交換されると共に、ガラス溶解時の溶解性を高め、また酸性水溶液に対して溶出し易く、したがって酸性水溶液に対してエッチングを

促進する成分である。しかし、その含有率が 14 mol% を超えると化学的耐久性が悪化するため、本実施の形態では  $Na_2O$ の含有率を  $0 mol\% \sim 14 mol\%$  に設定した。

【0035】  $K_2$ Oもアルカリ金属酸化物であり、ガラス溶解時の溶解性を高め、酸性水溶液に対して溶出を促進する成分であり、酸性水溶液に対してエッチングを促進する成分であるが、その含有率が $3\,\mathrm{mol}\%$ を超えると化学的耐久性が悪化する。このため、本実施の形態では $K_2$ Oの含有率を $0\,\mathrm{mol}\%$ ~ $3\,\mathrm{mol}\%$ に設定した。

【0036】MgOはアルカリ土類金属酸化物であり、ガラスの溶解性を高め、また酸性水溶液に対してエッチングを促進する。しかし、その含有率が8mol%を超えるとガラスの液相温度が上昇し、耐失透性が悪化するため、本実施の形態ではMgOの含有率を0mol%~8mol%に設定した。

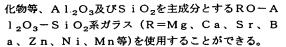
【0037】CaOもMgOと同様、アルカリ土類金属酸化物であり、ガラスの溶解性を高め、また酸性水溶液に対してエッチングを促進する。しかし、その含有率が10mol%を超えるとガラスの液相温度が上昇し、耐失透性が悪化するため、本実施の形態ではCaOの含有率を0mol%~10mol%に設定した。

【0038】SrO及びBaOも、CaOやMgOと同様、アルカリ土類金属酸化物であり、ガラスの溶解性を高める成分であり、酸性水溶液に対してエッチングを促進する。しかし、SrOの含有率が6mol%、BaOの含有率が2mol%を夫々超えるとガラス基板の比重が重くなりすぎて好ましくなく、このため、本実施の形態ではSrOの含有率を0mol%~6mol%、BaOの含有率を0mol%~2mol%に夫々設定した。

【0039】 T i  $O_2$ はガラスの化学的耐久性を向上させる成分であるが、その含有率が $8\,\mathrm{mol}$ %を超えるとガラスの液相温度が上昇し、耐失透性が悪化する。このため、本実施の形態では T i  $O_2$ の含有率を $0\,\mathrm{mol}$ %~ $8\,\mathrm{mol}$ 1%に夫々設定した。

【0040】  $ZrO_2$ はガラスの化学的耐久性を向上させる成分であるが、その含有率が4mo1%を超えるとガラス溶解時に微細な結晶として析出する虞がある。このため、本実施の形態では $ZrO_2$ の含有率を $0mo1\%\sim 4mo1\%$ に設定した。

【0041】尚、本実施の形態では、ガラス基板1として上述のような成分組成を有するアルミノシリケート系ガラスを使用しているが、斯かるアルミノシリケート系ガラスに限定されるものではない。例えば $SiO_2$ とアルカリ金属酸化物及びアルカリ土類金属酸化物を主成分とするソーダライムガラス、 $SiO_2$ とボロン酸化物とを主成分とするボロシリケートガラス、 $Li_2O$ と $SiO_2$ とを主成分とする $Li_2O-SiO_2$ 系ガラス、 $Li_2O$ 、 $SiO_2$ 、及び $Al_2O_3$ を主成分とする $Li_2O-A$   $l_2O_3-SiO_2$ 系ガラス、或いはアルカリ土類金属酸



【0042】次に、前記ガラス基板1に粗研削を施して 略所定寸法に仕上げた後、研磨工程2に進む。そして研 磨工程2では、遊離砥粒を研磨液に分散させた研磨剤を 使用してガラス基板1の表面を精密研磨する。

【0043】遊離砥粒の種類は特に限定されないが、情報記録媒体用基板に要求される優れた表面平滑性を得るためには酸化セリウム( $CeO_2$ )、マンガン酸化物、ジルコニア酸化物、F9ニア酸化物、 $SiO_2$ 、ダイヤモンド砥粒を使用するのが好ましい。

【0044】また、遊離砥粒の粒径も、特に限定されるものではないが、優れた表面平滑性と研磨速度を得るためには、粒径 $0.01\mu$ m $\sim 3\mu$ m程度の遊離砥粒を使用するのが好ましい。

【0045】また、研磨方法も特に限定されないが、人工皮革からなるスエードタイプの研磨パッドを上定盤および下定盤に貼り付けた両面研磨機を使用すれば、低コストで両面を精密研磨することができる。

【0046】次に、第1の洗浄工程3に進み、酸性水溶液3a及びアルカリ性水溶液3bを使用して第1の洗浄処理を行う。

【0047】すなわち、酸性水溶液3a中ではガラス中の一部の成分が溶出して、ガラスの骨格成分であるSiO<sub>2</sub>に富んだ状態となる。そして、SiO<sub>2</sub>はアルカリ性水溶液に対し可溶性を有するため、ガラス基板1を酸性水溶液3aで洗浄した後、アルカリ性水溶液で洗浄するとガラス基板1の表面はエッチングされ易くなる。

【0048】したがつて、ガラス基板1を酸性水溶液3 aで洗浄し、引き続いてアルカリ性水溶液3bで洗浄すると、ガラス基板1の表面に部分的に埋設又は固着している研磨剤が容易にエッチング除去され、しかもエッチング量を適度に制御することができる。さらに、アルカリ性水溶液は、酸性水溶液中で再付着した研磨剤を除去する作用も有しており、これによりガラス基板に研磨剤をほぼ完全に除去することができる。

【0049】尚、酸性水溶液は特に限定されず、酢酸のような弱酸でもよいが、ガラスに対して強力なエッチング作用を有するフッ酸、ケイフッ化水素酸や、硫酸、塩酸、硝酸、スルファミン酸、或いはリン酸のような強酸がガラス基板の表面のエッチング処理を促進する上で好ましい。

【0050】また、アルカリ性水溶液も特に限定されず、水酸化カリウム、水酸化ナトリウム、アンモニア、トリメチルアンモニウムハイドライド等、水に溶解するアルカリ原料であればいかなる薬液も使用することできる。また、洗浄効果を高めるために界面活性剤やキレート剤のほか、市販の合成アルカリ洗剤等を添加するのも好ましい。

【0051】酸性水溶液及びアルカリ性水溶液の濃度は特に限定されず、ガラス基板の耐薬品性を考慮し、研磨剤を除去するのに必要な濃度を適宜選定することができる。しかしながら、エッチング量を過度に大きくすると、ガラス基板におけるエッジ部等の形状が変化する虞があるため、エッチング量は少なくとも30nm以下に抑制するのが望ましく、斯かるエッチング量以下となるように酸性水溶液及びアルカリ性水溶液の濃度を調整するのが好ましい。

【0052】また、洗浄時間や洗浄温度も特に限定されず、薬液の濃度やガラス基板1のエッチング速度に応じて適宜決定されるが、製造コスト等を考慮すると、洗浄時間は1分~20分、洗浄温度は70℃以下に設定するのが好ましい。

【0053】洗浄方法としては、本実施の形態ではガラス基板1を酸性水溶液3a及びアルカリ水溶液3bに浸渍して行う。この場合、ガラス基板1に超音波を印加しながら洗浄を行って良い。また、斯かる超音波の印加は一定周波数下で行ってもよく、異なる複数の周波数を同時に印加したり、或いは周波数を経時的に変化させてもよい。また、超音波の出力も特に限定されないが、一般的には低周波数であって出力が高い程、ガラス基板1に与えるダメージも強くなるため、斯かる点を考慮して決定するのが好ましい。

【0054】尚、洗浄方法としては、上述の浸漬方式の他、シャワー方式、噴射方式等を使用してもよく、その際、スポンジ等をガラス基板1に接触させて擦るようにするのも好ましい。

【0055】次に、このようにして酸性水溶液3a及びアルカリ性水溶液3bで洗浄されたガラス基板1を乾燥する。

【0056】乾燥方法も特に限定されるものではなく、イソプロピルアルコール(IPA)蒸気中にガラス基板1を浸漬するIPA蒸気乾燥法や、ガラス基板1を高速回転させて洗浄水を除去するスピン乾燥法等を使用することができる。

【0057】このようにして第1の洗浄工程3では、ガラス基板1の表面がエッチングされるので、研磨剤だけでなく鉄粉などガラス基板1の製造過程で付着する異物も効果的に除去することができる。

【0058】次に、加熱工程4では加熱処理を施し、ガラス基板1の表面に形成されている永久歪みを緩和して研磨痕を除去する。すなわち、ガラス基板1を上述のような遊離砥粒で研磨すると、ガラス基板1の表面には研磨時の圧力によって部分的に圧縮層が形成され、該圧縮層が研磨痕となり、永久歪みとして残留する。そして、斯かる研磨痕が形成された研磨痕部は、研磨痕が形成されていない非研磨痕部に比べて耐薬品性が増大しエッチングされ難くなる。すなわち、研磨痕部と非研磨痕部とではエッチング速度が異なり、したがって、上記第1の

洗浄工程3ではガラス基板1の表面に部分的に埋設又は固着した研磨剤については除去できるものの、均一なエッチング処理を行うことができないため、ガラス基板1の表面粗さRaが増大し、表面平滑性自体は悪化する。このため、加熱工程4で加熱処理を施し、永久歪みを緩和して研磨痕を除去し、後述する第2の洗浄工程5で再度酸性水溶液5a及びアルカリ性水溶液5bで洗浄を行うことにより、ガラス基板1の表面凹凸を除去することができるようにした。

【0059】加熱処理温度は、本実施の形態では、除歪点温度T以下、且つ(T-200)℃以上に設定している。すなわち、前記永久歪みは、除歪点温度Tを15分以上維持することによりを緩和することができるが、加熱処理温度を高温度で行う方が短時間で永久歪みを容易に除去することができ、加熱処理温度を(T-200)℃以上に設定するのが好ましい。但し、除歪点温度Tを超えて加熱処理を行うとガラス基板1に反りが生じる虞がある。このため、本実施の形態では加熱処理温度を除歪点温度T℃以下、且つ(T-200)℃以上に設定している。

【0060】尚、加熱処理時間は加熱処理温度に応じて 適宜決定される。

【0061】また、加熱手段は特に限定されず、気相又は液相のいずれで行ってもよいが、気相中で加熱処理を行うよりも液相中で加熱処理を行う方が熱容量が大きいため制御性が向上する。

【0062】また、液相で加熱処理を行う場合は、液体として溶融塩を使用するのが好ましい。例えば、溶融塩として硝酸カリウム( $KNO_3$ )と硝酸ナトリウム( $NaNO_3$ )の混合溶液を使用すると、ガラス基板1の化学成分中の $Li^{+1}$ や $Na^{+1}$ がイオン半径の大きい $K^{+1}$ にイオン交換される化学強化処理が実行される。そして、このような化学強化処理を行うことにより表面圧縮応力を高めることができ、これにより磁気ディスクを高速回転させても破損するのを防止することができる。しかも、加熱処理が化学強化処理を兼ねることにより、化学強化処理を別途別工程で行う手間が省け、製造工程の簡素化を図ることができ、製造コストの低廉化を図ることができる。

【0063】尚、第1の洗浄工程3を行わずに加熱工程4を実施すると、研磨剤がガラス基板1の表面に残した状態で加熱処理を行うこととなるので研磨剤がガラス基板1の表面に固着し、したがって第2の洗浄工程5を実施しても研磨剤を十分に除去するのが困難となる。特に、加熱処理が化学強化処理を兼ねている場合は、研磨剤が付着した部位の化学強化処理を行うことができず、局部的な異常凹みが発生する虞がある。

【0064】次に、第2の洗浄工程5に進み、第1の洗 浄工程3と略同一の条件・手順により再度酸性水溶液5 a及びアルカリ性水溶液5bで第2の洗浄処理を行う。 すなわち、加熱処理後は上述の如く永久歪みが緩和されて研磨痕が除去されているため、ガラス基板1は均一になっており、したがってガラス基板1の表面は等方的にエッチング処理され、その結果ガラス基板1上に残存している凹凸が除去され、表面平滑性及び清浄度が向上する。

【0065】このように第2の洗浄工程5では、加熱処理されて均一化されたガラス基板1に対して再度酸性水溶液5a及びアルカリ性水溶液でエッチング処理を行なっているので、均一なエッチング速度でもってエッチング処理を行うことができ、溶融塩の除去の他、溶融塩中に含まれる鉄粉などの異物を効果的に除去することができ、さらに表面凹凸も効果的に低減・除去される。

【0066】このように本実施の形態によれば、精密研磨されたガラス基板1に対し、第1の洗浄工程3では酸性水溶液3a及びアルカリ性水溶液3bを使用し、ガラス基板1の表面に埋設又は固着した研磨剤をエッチング除去し、続く加熱工程4では永久歪みを緩和させて研磨痕を除去し、さらに好ましくは化学強化処理を実行し、次いで、第2の洗浄工程5では再度酸性水溶液5a及びアルカリ性水溶液5bを使用して溶融塩と共に表面凹凸を除去しているので、表面平滑性や清浄度に優れており、したがって磁気ディスク基板として使用した場合であってもヘッドクラッシュやサーマルアスペリティが生じるのを極力回避することができるガラス基板を製造することができる。

【0067】しかも、このようにして製造されたガラス 基板は、上述の如く優れた表面平滑性と清浄度を有する ため、磁気ディスク基板のほか、光ディスク等の他の情 報記録媒体用ガラス基板としての使用にも好適したもの となる。

#### [0068]

【実施例】本発明者等は、ガラス基板として、外径 6 5 mm、内径 2 0 mm、厚み 0. 6 1 mmからなるドーナッ状のアルミノシリケート系ガラス (S i  $O_2$ : 6 6 0 m ol%、A l  $_2O_3$ : 1 1.0 mol%、L i  $_2O$ : 8.0 mol%、N a  $_2O$ : 9.1 mol%、M g O: 2.4 mol%、C a O: 3.6 mol%)を用意した。

【0069】次いで、 $CeO_2$ 砥粒が研磨液に分散された研磨剤( $CeO_2$ 砥粒の粒径 $1.2\mu m$ )と人工皮革製のスエードタイプの研磨パッドを使用して前記ガラス基板を研磨し、その後、純水でシャワー洗浄し、ガラス基板の表面に付着した研磨剤の粗落しを行った(精密研磨)。

【0070】そしてこの後、以下に示すように第1の洗 浄処理→加熱処理→第2の洗浄処理を行い、実施例1~ 15及び比較例1~6の試験片を作製した。

【0071】尚、このガラス基板の除歪点温度Tは587℃であった。

【0072】 〔実施例1〕精密研磨されたガラス基板を

0.01 w t %のフッ酸(温度50℃)に3分間浸漬すると共に、周波数48 KHz、出力1 W/c m²の超音波を照射してフッ酸水溶液中でエッチング処理を行い、その後ガラス基板を純水浴中に浸漬して十分に洗浄した。次いで、前記ガラス基板を10 w t %の水酸化ナトリウム(NaOH)水溶液中で洗浄する操作を3回繰り返し、その後 I P A 蒸気中で1分間乾燥させ、第1の洗浄処理を行った。

【0073】次に、加熱処理温度が340℃に設定されたオープン中にガラス基板を入れ、120分間加熱処理を行った。

【0074】そして、加熱処理後、第1の洗浄処理と同様の条件・手順で第2の洗浄処理を行い、実施例1の試験片を作製した。

【0075】 [実施例2] 実施例1と同様の条件・手順で第1の洗浄処理を行った後、加熱処理温度を370℃に設定してガラス基板をオープン中に入れ、90分間加熱処理した後、実施例1と同様の条件・手順で第2の洗浄処理を行い、実施例2の試験片を作製した。

【0076】〔実施例3〕実施例1と同様の条件・手順で第1の洗浄処理を行った後、加熱処理温度を420℃に設定してガラス基板をオーブン中に入れ、45分間加熱処理した後、実施例1と同様の条件・手順で第2の洗浄処理を行い、実施例3の試験片を作製した。

【0077】 [実施例4] 実施例1と同様の条件・手順で第1の洗浄処理を行った後、60 $^{\rm w}$ t%のKNO $^{\rm a}$ と40 $^{\rm w}$ t%のNaNO $^{\rm a}$ とを混合して調整された溶融塩中(加熱処理温度370 $^{\rm w}$ C)にガラス基板を60分間浸漬し、加熱処理を行うと共に、ガラス基板中のLi $^{\rm t1}$ やNa $^{\rm t1}$ をイオン半径の大きいK $^{\rm t1}$ にイオン交換する化学強化処理を行った。そしてこの後、実施例1と同様の条件・手順で第2の洗浄処理を行い、実施例4の試験片を作製した。

【0078】 [実施例5] 濃度が規定度1Nに調整された硫酸中(温度50℃)にガラス基板を3分間浸漬すると共に、周波数48KHz、出力1W/cm²の超音波を照射して硫酸溶液中でエッチング処理を行い、その後ガラス基板を純水浴中に浸漬して十分に洗浄した。次いで、前記ガラス基板を10wt%の水酸化ナトリウム(NaOH)水溶液中で洗浄する操作を3回繰り返し、その後IPA蒸気中で1分間乾燥させ、第1の洗浄処理を行った。

【0079】その後は実施例4と同様の条件・手順で化 学強化処理を兼用した加熱処理を行った後、第2の洗浄 処理を行い、実施例5の試験片を作製した。

【0080】〔実施例6〕第1の洗浄処理における酸性 水溶液として、実施例5で使用した硫酸に代えて濃度が 規定度1Nに調整された塩酸を使用し、実施例5と同様 の条件・手順で実施例6の試験片を作製した。

【0081】 [実施例7] 第1の洗浄処理における酸性

水溶液として、実施例5で使用した硫酸に代えて濃度が 規定度1Nに調整された硝酸を使用し、実施例5と同様 の条件・手順で実施例7の試験片を作製した。

【0082】 [実施例8] 第1の洗浄処理における酸性 水溶液として、実施例5で使用した硫酸に代えて濃度が 規定度1Nに調整されたスルファミン酸を使用し、実施 例5と同様の条件・手順で実施例8の試験片を作製し た。

【0083】〔実施例9〕第1の洗浄処理における酸性 水溶液として、実施例5で使用した硫酸に代えて濃度が 規定度1Nに調整されたリン酸を使用し、実施例5と同 様の条件・手順で実施例9の試験片を作製した。

【0084】〔実施例10〕第1の洗浄処理における酸性水溶液として、実施例5で使用した硫酸に代えて濃度が規定度1Nに調整された弱酸性の酢酸を使用し、実施例5と同様の条件・手順で実施例10の試験片を作製した

【0085】 [実施例11] 実施例4と同様の条件・手順で第1の洗浄処理及び加熱処理を行った後、酸性水溶液として、濃度が規定度1Nに調整された硫酸を使用し、アルカリ性水溶液として10wt%の水酸化ナトリウムを使用して実施例4と同様、第2の洗浄処理を行い、実施例11の試験片を作製した。

【0086】[実施例12]第2の洗浄処理における酸性水溶液として、実施例11で使用した硫酸に代えて濃度が規定度1Nに調整された塩酸を使用し、実施例11と同様の条件・手順で実施例12の試験片を作製した。

【0087】 [実施例13] 第2の洗浄処理における酸性水溶液として、実施例11で使用した硫酸に代えて濃度が規定度1Nに調整された硝酸を使用し、実施例11と同様の条件・手順で実施例13の試験片を作製した。

【0088】 [実施例14] 第2の洗浄処理における酸性水溶液として、実施例11で使用した硫酸に代えて濃度が規定度1Nに調整されたスルファミン酸を使用し、実施例11と同様の条件・手順で実施例14の試験片を作製した。

【0089】 [実施例15] 第2の洗浄処理における酸性水溶液として、実施例11で使用した硫酸に代えて濃度が規定度1Nに調整されたリン酸を使用し、実施例11と同様の条件・手順で実施例15の試験片を作製した。

【0090】 [比較例1] 精密研磨されたガラス基板に対し、第1の洗浄処理を行わずに、直接実施例4と同様の条件・手順で加熱処理及び第2の洗浄処理を行い、比較例1の試験片を作製した。

【0091】 〔比較例2〕精密研磨されたガラス基板に対し、実施例4と同様の条件・手順で第1の洗浄処理及び加熱処理を行い、比較例2の試験片を作製した。尚、この比較例2の試験片は第2の洗浄処理を行わなかった。

【0092】 〔比較例3〕精密研磨されたガラス基板に対し、酸性水溶液でエッチング処理を行うことなく、10wt%の水酸化ナトリウム水溶液中で3回アルカリ洗浄し、その後、IPA蒸気中で1分間乾燥させ、第1の洗浄処理を行った。

【0093】次いで、実施例4と同様の条件・手順で加熱処理及び第2の洗浄処理を行い、比較例3の試験片を作製した。

【0094】 [比較例4] 精密研磨されたガラス基板に対し、実施例1と同様の条件・手順でフッ酸水溶液中でエッチング処理を行った後、アルカリ洗浄を行うことなく、実施例4と同様の手順・条件で加熱処理及び第2の洗浄処理を行い、比較例4の試験片を作製した。

【0095】[比較例5]精密研磨されたガラス基板に対し、実施例4と同様の条件・手順で第1の洗浄処理及び加熱処理を行い、次いで第1の洗浄処理と同様の条件・手順でフッ酸水溶液中でエッチング処理を行い、比較例5の試験片を作製した。尚、比較例5の試験片は、第2の洗浄処理でアルカリ洗浄は行わなかった。

【0096】 [比較例6] 精密研磨されたガラス基板に対し、実施例1と同様の条件・手順で第1及び第2の洗浄処理を順次行い、比較例6の試験片を作製した。尚、比較例6の試験片は加熱処理を行わなかった。

【0097】そして、上記各試験片(実施例1~15及び比較例1~6)について、精密研磨後、第1の洗浄処理終了後、及び第2の洗浄処理終了後に表面粗さRaを測定した。

【0098】尚、表面粗さRaは、AFM(原子間顕微鏡)を使用し、測定範囲を10μm□に設定して測定した。また、AFMは、DI社製のナノスコープIIIを使用した。

【0099】また、第2の洗浄処理終了後に、以下の方法でセリウム残量、異常凹みの個数、及び輝点数を測定し、ガラス基板の清浄度を評価した。

【0100】(1)セリウム残量

ガラス基板を120℃に加熱した熱濃硫酸中に約15分間浸漬してCeO₂を溶解した後、ICP (Inductively Coupled Plasma spectrometry;誘導結合高周波プラズマ分光分析)でCe原子を定量し、セリウム残留量を算出してガラス基板に付着している研磨剤(遊離砥粒)の残留量を算出した。

【0101】(2)異常凹みの個数

10万ルクスのハロゲン光下でガラス基板を観察し、ガラス基板上の異常凹みの有無を調べた。尚、10万ルクスのハロゲン光下では直径約 $5\mu$ m、深さ約 $1\mu$ m以上の大きさの凹みを視認することができ、したがって斯かる視認された凹みの個数でもって異常凹みの有無を評価した。

【0102】(3)輝点数

光学頭微鏡(ニコン社製オプチフォト)を使用し、倍率 200倍に設定して暗視野観察し、暗視野像中の $1~c~m^2$ 中の輝点数を計測し、これによりガラス基板に固着している研磨剤等を含む異物の有無を評価した。尚、倍率 200の光学顕微鏡で輝点として視認される異物の大きさは直径約 $0.5~\mu$ m以上の異物がある場合に輝点として観察されることとなる。

【0103】表1は各試験片(実施例1~15及び比較例1~6)の作製条件、表面粗さRa、及び清浄度の測定結果を示している。

[0104]

【表1】

た 表の理 加熱処理 第2の洗浄処理 表面組さ 清浄度 清浄度		せい4級書 (レE/枚) (レE/枚) (ルE/枚) (ルE/枚) (地E/M) (株比 M) (株 H) (株 H) (+ H	第2の洗浄後 Ra(nm) 0.23 0.23 0.23 0.23 0.24 0.19 0.19 0.23 0.23 0.23 0.23 0.23 0.23 0.23 0.23	機面相2 Ra(nm) 0.75 0.75 0.75 0.75 0.67 0.75 0.75 0.75 0.75 0.75 0.75 0.75 0.7	研磨後 0.25 0.25 0.25 0.25 0.25 0.25 0.25 0.25	洗浄の理 水冷の理 水冷の理 水冷の 水冷酸化ナドウム 水酸化 水体化 水体 水体 水体 ボーカム ボーカム 水体 ボーカム ボー	を を を を を を を を を を を を を を	「恢复」	(C) 34 377 377 377 377 377 377 377 377 377 3	無 京 京 京 京 京 京 京 京 の の の の の の の の の の の の の	第1の洗浄処理
	╀	な出版がられ	T	0.75	0.25		120 22	F	1	が開体	水酸化ナバウム
雰囲気 温度 時間 酸性         7ルが性 研修後第1の洗浄後第2の洗浄後 セリカ及量 異常回み (a) (min) 水溶液 水溶液 (a) (min) 水溶液 水溶液 (a) (a) (b) (b) (c) (min) 水溶液 水溶液 (a) (a) (b) (a) (a) (b) (a) (a) (a) (a) (a) (a) (a) (a) (a) (a	6 5.3	検出限界以下	0.23	0.75	0.25	木酸化十小分	ツ酸			溶融塩	'
雰囲気 温度 時間 酸性         7ルが性 研修後 10洗浄後 第20洗浄後 10人 投資         第20次 (min) 水溶液         水流液         水溶液         水流液         水流液         水流液         水流流         水流流         水流         、水流         水流         水流         水流 </td <td></td> <td>17</td> <td>0.31</td> <td>-</td> <td>0.25</td> <td>1</td> <td>ı</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td><b>K酸化ナック4</b></td>		17	0.31	-	0.25	1	ı				<b>K酸化ナック4</b>
雰囲気 温度 時間 酸性         7ルが性 研修後期の洗浄後期2の洗浄後期2の洗浄後 セリカス養		検出限界以下	1.22	ı	0.25	1	1	- 1	_	海鹿牌	K酸化ナリウム
雰囲気 温度 時間 酸性         7ルが性         研磨後第1の洗浄後第2の洗浄後 中104残量 異常四み           空気 370 (で) (min) 水溶液         水溶液         水溶液         水溶液 (min) (u.g./ 枚) (min)         (u.g./ 枚) (min)         (u.g./ 枚) (min)           空気 370 (a) 120 7分酸         水溶液 (u.g./ 付) 0.25         0.75         0.23         核出限界以下 (m/枚)         0           空気 370 (a) 7分酸         水酸化ナドウム 0.25         0.75         0.23         核出限界以下 (m/枚)         0           溶土 420 (a) 7分酸         水酸化ナドウム 0.25         0.75         0.23         核出限界以下 (m/枚)         0           溶土 370 (a) 7分酸         水酸化ナドウム 0.25         0.75         0.23         核出限界以下 (m/枚)         0           溶土 370 (a) 7分酸         水酸化ナドウム 0.25         0.75         0.29         核出限界以下 (m/枚)         0           溶土 370 (a) 7分酸         水酸化ナドウム 0.25         0.5         0.19         核出限界以下 (m/枚)         0           溶土塩塩 370 (a) 7分酸         水酸化ナドウム 0.25         0.5         0.20         核出限界以下 (m/枚)         0           溶土塩 370 (a) 1分酸         水酸化ナドウム 0.25         0.5         0.23         核出限界以下 (m/本)         0           溶土塩 370 (a) 1分酸         水酸化ナドウム 0.25         0.75         0.23         核出限界以下 (m/本)         0           溶土塩 370 (a) 1分酸         水酸化ナドウム 0.25         0.75         0.23         核出限界以下 (m/本)<	9 18.5	検出限界以下	0.22		0.25	木酸化ナリウム	ア製	П	_	溶配塩	,
穿田気 温度 時間 酸性 7ルが性 研磨後第1の洗浄後第2の洗浄後 セリカム残量 異常凹み 空気 340 120 77酸 水溶液 Ra(nm) Ra(nm) Ra(nm) (μェン牧) (個(枚) (個 位) (風 位) (四 (四 位) (風 位) (四 (四 位) (風 位) (四 (四 (四 位) (四	0 1.3	検出限界以下	0.23	0.75	0.25	水酸化十岁人	小酸		_	治配佐	K酸化扑沙4
雰囲気 温度 時間 酸性         7ルが性         研磨後第1の洗浄後第2の洗浄後 中104残量 異常四み空気 (2) (min) 木溶液 木溶液 Ra(nm) Ra(nm) (μェ/枚) (個/枚)         20         20         20         40         120 70         25         0.75         0.23         校出限界以下 (個/枚)           空気 370 30 120 72酸 水酸化ナドウム 0.25         0.75         0.75         0.23         校出限界以下 0         0           空気 370 80 72酸 水酸化ナドウム 0.25         0.75         0.23         校出限界以下 0         0         0           溶燃塩 370 60 72酸 水酸化ナドウム 0.25         0.75         0.23         校出限界以下 0         0         0           溶燃塩 370 60 72酸 水酸化ナドウム 0.25         0.75         0.20         校出限界以下 0         0         0           溶燃塩 370 60 72酸 水酸化ナドウム 0.25         0.5         0.5         0.19         校出限界以下 0         0           溶燃塩 370 60 72酸 水酸化ナドウム 0.25         0.4         0.20         校出限界以下 0         0         0           溶燃塩 370 60 72酸 水酸化ナドウム 0.25         0.4         0.29         核出限界以下 0         0         0           溶燃塩 370 60 12酸 水酸化ナドウム 0.25         0.5         0.5         0.23         核出限界以下 0           溶燃塩 370 60 12酸 水酸化ナドウム 0.25         0.75         0.23         核出限界以下 0           溶酸塩 370 60 12酸 水酸化ナドウム 0.25         0.75         0.23         核出限界以下 0           溶酸塩 水酸化ナドウム 0.25	6.0 0.9	検出限界以下	0.23	0.75	0.25	水酸化ナドウム	スルファミン酸	_ [		浴配塩	K酸化ナトリウム
雰囲気 温度 時間 酸性         7ルが性         研磨後第1の洗浄後第2の洗浄後 中104残量 異常四み空気 (ペン) ((min) 木溶液 水溶液 (mac/m) (mac/m) (uc/x) ((min) (uc/x)) (min) (uc/x) (min) (uc/x) ((min) (uc/x)) (min) (uc/x)	0.8	検出限界以下	0.23	0.75	0.25	木酸化ナリウム	硝酸	丄	_	海路牌	<b>K酸化ナリウム</b>
雰囲気 温度 時間 酸性 7ルが性 研磨後第1の洗浄後第2の洗浄後 1974残量 異常四み	0.0	検出限界以下	0.23	0.75	0.25	木酸化ナリウム	塩酸			洛融佐	水酸化ナトリウム
雰囲気 温度 時間 酸性         7ルが性         研磨後第1の洗浄後第2の洗浄後 10人残害 20         23         セリンム残害 20         24         大冷液 水溶液 水溶液 100 25         7.1         水溶液 120 72         水溶液 120 72<	0 0.7	検出限界以下	0.23	0.75	0.25	木酸化土川九	硫酸			治戰場	大政化ナトリウム
雰囲気 温度 時間 酸性         7ルが性         研磨後第1の洗浄後第2の洗浄後 10人及養 (2) (min)         水溶液 水溶液 (min)         水溶液 水溶液 (min)         水溶液 (min)         水溶液 (min)	0 3.1	後出限界以下	0.23	0.57	0.25	水酸化ナリウム	シ酸			海融塩	K酸化ナリウム
雰囲気 温度 時間 酸性 714が性 研磨後第1の洗浄後第2の洗浄後 セリカム残量 異常四み空気 340 120 77般 水溶液 水溶液 Rafum Rafum) (ムェン枚) (個/枚) 空気 340 120 77般 水酸化ナドリウム 0.25 0.75 0.23 検出限界以下 0 空気 420 45 77酸 水酸化ナドリウム 0.25 0.75 0.22 検出限界以下 0 溶酸塩 370 60 77酸 水酸化ナドリウム 0.25 0.75 0.23 検出限界以下 0 溶酸塩 370 60 77酸 水酸化ナドリウム 0.25 0.75 0.23 検出限界以下 0 溶酸塩 370 60 77酸 水酸化ナドリウム 0.25 0.75 0.29 検出限界以下 0 溶酸塩 370 60 77酸 水酸化ナドリウム 0.25 0.75 0.29 検出限界以下 0 溶酸塩 370 60 77酸 水酸化ナドリウム 0.25 0.5 0.99 検出限界以下 0 溶酸塩 370 60 77酸 水酸化ナドリウム 0.25 0.5 0.99 検出限界以下 0 溶酸塩 370 60 77酸 水酸化ナドリウム 0.25 0.4 検出限界以下 0 溶酸塩 370 60 77酸 水酸化ナドリウム 0.25 0.4 検出限界以下 0 溶酸塩 370 60 77酸 水酸化ナドリウム 0.25 0.4 検出限界以下 0	0 2.3	梅出限界以下	0.19	0.4	0.25	木酸化ナリウム	7%酸			海路程	K数化ナリウム
雰囲気 温度 時間 酸性 71h1/性 研磨総第1の洗浄後第2の洗浄後 11/4 2   2   2   2   2   2   2   2   2   2	0 1.4	検出限界以下	0.20	0.6	0.25	木酸化十八九	77酸			海融場	K酸化ナリウム
雰囲気 温度 時間 酸性 7ルが性 研磨機第1の洗浄後第2の洗浄後 セリカム残量 異常四み空気 340 120 72酸 水酸化ナドリウム 0.25 0.75 0.23 検出限界以下 0 空気 370 90 72酸 水酸化ナドリウム 0.25 0.75 0.22 検出限界以下 0 空気 420 45 72酸 水酸化ナドリウム 0.25 0.75 0.23 検出限界以下 0 沿陸塩 370 60 72酸 水酸化ナドリウム 0.25 0.75 0.23 検出限界以下 0 沿陸塩 370 60 72酸 水酸化ナドリウム 0.25 0.75 0.23 検出限界以下 0 沿陸塩 370 60 72酸 水酸化ナドリウム 0.25 0.75 0.20 検出限界以下 0 沿陸塩 370 60 72酸 水酸化ナドリウム 0.25 0.5 0.50 検出限界以下 0 溶極塩 370 60 72酸 水酸化ナドリウム 0.25 0.5 0.50 検出限界以下 0 溶極塩 370 60 72酸 水酸化ナドリウム 0.25 0.50 0.90 検出限界以下 0	0 1.7	検出限界以下	0.24	0.4	0.25	木酸化ナリウム	7%酸		Ш	、海雷特	く酸化ナドリウム
雰囲気 温度 時間 酸性         7ルが性         研磨機第1の洗浄後第2の洗浄後 10人残費         契内の洗浄後 10人残費         契件回列         (ムェン校) (個/枚) (個/枚)           空気 340 120 72酸         水溶液         水溶液         Ra(nm) Ra(nm) Ra(nm) (ムェン校) (個/枚) (個/枚)         0.23         検出限界以下 0         0           空気 370 90 72酸         水酸化ナリウム 0.25         0.75         0.22         検出限界以下 0         0           空気 420 45 73酸         水酸化ナリウム 0.25         0.75         0.23         検出限界以下 0         0           溶燃塩 370 60 73酸         水酸化ナリウム 0.25         0.76         0.23         検出限界以下 0         0           溶燃塩 370 60 73酸         水酸化ナリウム 0.25         0.76         0.20         検出限界以下 0         0           溶燃塩 700 60 72酸         水酸化ナドリウム 0.25         0.76         0.20         検出限界以下 0         0	0 1.3	検出限界以下	0.19	0.5	0.25	水酸化ナリウム	77酸			が配体	に酸化ナトリウム
雰囲気         品度         時間         酸性         7ルが性         研磨紛第1の洗浄後第2の洗浄後 10人洗浄後 10人洗浄後 10人洗浄後 10人洗浄後 10人 10 10         20人 10         水溶液         水溶液         Ra/nm         Ra/nm         Ra/nm         Ra/nm         Ra/nm         (個/枚)           空気         340         120         720         水酸化ナドウム         0.25         0.75         0.23         検出限界以下         0           空気         420         45 72         水酸化ナドウム         0.25         0.75         0.23         検出限界以下         0           空気         420         45 72         水酸化ナドウム         0.25         0.75         検出限界以下         0           2気         420         45 73         水酸化ナドウム         0.25         0.75         検出限界以下         0           2気         420         45 73         水酸化ナドウム         0.25         0.75         0.23         検出限界以下		検出限界以下	0.20	0.5	0.25	木酸化ナリウム	77酸			海融基	く酸化ナトリウム
<ul> <li>(*C) (min) 水溶液 水溶液 Ra(nm) Ra(nm) Ra(nm) (με/枚) (個/枚)</li> <li>(*C) (min) 水溶液 水溶液 Ra(nm) Ra(nm) Ra(nm) (με/枚) (個/枚)</li> <li>(*2) (min) 水溶液 水溶液 Ra(nm) Ra(nm) Ra(nm) (με/枚) (個/枚)</li> <li>(*340 120 120 27数 水酸化ナリウム 0.25 0.75 0.22 検出限界以下 0</li> <li>420 45 120 37数 水酸化ナリウム 0.25 0.75 0.23 検出限界以下 0</li> </ul>	0	検出限界以下	0.23	0.75	0.25	木酸化ナリウム	77酸			沙理社	く酸化ナドリウル
雰囲気         温度         時間         酸性         7ルがり性         研磨粉第1の洗浄後第2の洗浄後 セリカム残量         異常四み           空気         340 120 77酸         水溶液         水溶液         Ra(nm)         Ra(nm)         Ra(nm)         (με/妆)         (個/枚)           空気         370 90 77酸         水酸化ナリウム         0.25         0.75         0.22         検出限界以下         0	0.8	核出限界以下	0.23	0.75	0.25	木酸化ナリウム	77酸		42(	空外	K酸化ナバウム
雰囲気 温度 時間 酸性 アルカリ性 研磨過 第1の洗浄後 第2の洗浄後 セリウム残量 異常凹み (°C) (min) 水溶液 水溶液 Raínm) Raínm) Raínm) (με/枚) (個/枚) 空気 340 120 79酸 水酸化ナリウム 0.25 0.75 0.23 検出限界以下 0	0.6	検出限界以下	0.22	0.75	0.25	木酸化ナリウム	27酸		37	公公	K酸化ナリウル
雰囲気 温度 時間 酸性 7ルが性 研磨機第1の洗浄後第2の洗浄後 セリウム残量 異常四み (*C) (min) 木溶液 木溶液 Raínm) Raínm) Raínm) (μェノ枚) (個/枚)	Γ	核出限界以下	0.23	0.75	0.25	水酸化ナリウム	77酸		34	沿海	大阪化ナドリウム
中田安   温度   時間   酸性   711か  性   研磨後期1の洗浄後期2の洗浄後 もり4残量   異常凹み		(HE/#X)	Ra(nm)	Ra(nm)	$\overline{}$	水溶液		_	$\sim$	ř 3	<b>妖衆</b> 米
		セリウム残量	第2の洗浄後	第1の洗浄後	研磨後	アルが性	数件	塩	超速	発用令	7.几九少性

【0105】この表1から明らかなように、精密研磨は同一条件で行っているため、精密研磨後の表面粗さRaは、全て0.25nmで同一値を示している。

【0106】また、第1の洗浄処理は、ガラス基板の表面に研磨痕が残留した状態で行われているため、エッチング処理が均一に行われず、その結果ガラス基板の表面粗さRaが精密研磨後に比べて増大している。

【0107】そして、比較例1は、第2の洗浄処理後の表面粗さRaが0.22nmであり、表面平滑性は良好

であるが、異常団みの値数が9個/枚と多数観察され、また輝点数が18.5個/ $cm^2$ と多く、清浄度に劣る結果となった。これは、加熱処理前に第1の洗浄処理を行っていないため、 $CeO_2$ 砥粒がガラス基板1の表面に部分的に埋設又は固着した状態で加熱処理がなされ、したがって前記 $CeO_2$ 砥粒が十分に除去されていないためと推認される。

【0108】また、比較例2は、表面粗さRaが1.2 2nmと研磨後に比べて増大し、輝点数も21個/cm <sup>2</sup>と多く、清浄度も劣る結果となった。これは、加熱処理後に第2の洗浄処理を行わなかったため、加熱処理に使用した溶融塩や溶融塩中の不純物がガラス基板に固着して除去されなかったためと思われる。

【0109】比較例3は、酸性水溶液でエッチング処理はしていないものの、水酸化ナトリウム水溶液中でエッチング処理されているため、表面粗さRaは0.31nmと比較的良好であるが、セリウム残量が17µg/枚と多く、また異常凹みの個数や輝点数も多く、清浄度が悪かった。これは、第1の洗浄処理で酸性水溶液によるエッチング処理を行っていないため、CeO2砥粒がガラス基板の表面に埋設又は固着した状態で残存し、また第2の洗浄処理を行っていないため、加熱処理に使用した溶融塩や溶融塩中の不純物がガラス基板に付着して除去できなかったためと思われる。

【0110】比較例4は、表面粗さRaは0.23nm と良好な結果を得たが、異常凹みの個数が6個/枚、輝点数が5.3個/ $cm^2$ と多く、清浄度に劣った。これは、第1の洗浄処理でアルカリ洗浄を行わなかったため、フッ酸水溶液中で再付着した $CeO_2$ 砥粒を完全に除去することができなかったためと思われる。

【0111】比較例5は、表面粗さRaは0.23nm と良好な結果を得たが、輝点数が7個/cm²と多く観察された。これは、第2の洗浄処理でアルカリ洗浄を行わなかったため、ガラス基板1と洗浄液中の異物との間に静電気反発力が働かず、ガラス基板1上の異物を完全に除去することができなかったためと考えられる。

【0112】比較例6は、第1及び第2の洗浄処理を行っているため清浄度は満足すべき結果を得たが、加熱処理を行わなかったため、研磨によって形成された永久歪みが緩和されず、研磨痕が残留しており、第2の洗浄処理後の表面粗さRaに比べて増大し、表面平滑性が悪化していることが確認された。

【0113】これに対して実施例1~3は、第1の洗浄処理後の表面粗さRaが0.75nmまで増大したが、加熱処理をして永久歪みを緩和した後、第2の洗浄処理を行っているため表面粗さRaは0.22nm $\sim$ 0.2 3nmと再び減少し、優れた表面平滑性が得られた。また、清浄度もセリウム残量は検出限界以下であり、異常凹みは観察されず、また、輝点数は0.6個/cm $^2$ ~0.8個/cm $^2$ と非常に少なく、良好な清浄度が得られた。

【0114】また、実施例4は、溶融塩中で加熱処理を 行ったものであり、上記実施例1~3と略同様、優れた 表面平滑性と清浄度を得ることができた。

【0115】実施例5~9は、第1の洗浄処理における 酸性水溶液として、種々の強酸を使用したものであり、 表面粗さRaが0.19nm~0.24nmと優れた表 面平滑性を得ることができ、セリウム残量も検出限界以 下であり、異常凹みは視認されず、輝点数も $0.9個/cm^2 \sim 2.3 個/cm^2$ と少なく、良好な清浄度を得た

【0116】実施例10は、第1の洗浄処理における酸性水溶液を弱酸としての酢酸を使用したものであり、フッ酸を使用した実施例1~4や強酸を使用した実施例5~9に比べると、輝点数が3.1個/cm²と若干多くなって清浄度がやや低下するものの、良好な表面平滑性と満足し得る清浄度を得ることができた。すなわち、弱酸を使用して洗浄処理を行った場合も、満足すべき表面平滑性及び清浄度を得ることができることが確認された。

【0117】実施例 $11\sim15$ は、第2の洗浄処理における酸性水溶液として、種々の強酸を使用したものであり、表面粗さRaは0.23nmとなって優れた表面平滑性を得ることができ、セリウム残量も検出限界以下であり、異常凹みは視認されず、輝点数も0.7個 $/cm^2\sim1.3$ 個 $/cm^2$ と少なく、良好な清浄度を得た。

#### [0118]

【発明の効果】以上詳述したように本発明に係る情報記録媒体用ガラス基板の製造方法は、ガラス基板に精密研磨処理を施した後、酸性水溶液及びアルカリ性水溶液を使用して第1の洗浄処理を行い、次いで加熱処理を行った後、さらに再度酸性水溶液及びアルカリ性水溶液を使用して第2の洗浄処理を行い、情報記録媒体用ガラス基板を製造しているので、第1の洗浄処理で研磨剤などの異物をほぼ完全に除去することができ、続く加熱処理によって研磨処理で形成された永久歪みを緩和することができ、さらに第2の洗浄処理でガラス基板の表面に残存した表面凹凸を除去することができ、これにより優れた表面平滑性と清浄度を有する情報記録媒体用ガラス基板を製造することができる。

【0119】しかも、本発明では加熱処理前後の洗浄において酸性水溶液による洗浄とアルカリ性水溶液による洗浄とを順次行っているため、基板表面のエッチングによって除去された異物の再付着を防止でき、より清浄度に優れた情報記録媒体用ガラス基板を得ることができる

【0120】また、前記加熱処理の処理温度を、(T-200)℃以上(T:除歪点温度)とすることにより、 永久歪みを効率良く緩和することができ、研磨痕を除去 することができる。また、前記加熱処理を溶融塩中で行 なうことによっても、永久歪みの緩和を効率的に行うこ とができる。

【0121】さらに、加熱処理が、化学強化処理を兼ねることにより、化学強化処理を別途別工程で行う手間が省け、製造工程の簡素化を図ることができ、製造コストの低廉化を図ることができる。しかも、化学強化処理を行うことにより、表面圧縮応力を高めることができ、これにより磁気ディスクを高速回転させても破損するのを防止することができる。

【0122】また、前記酸性水溶液には、フッ酸、硫酸、塩酸、硝酸、スルファミン酸、及びリン酸の中から選択された少なくとも1種以上の酸を含有することにより、ガラスの表面を精度よくエッチングすることができる。

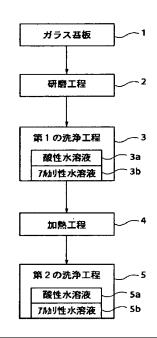
#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係る情報記録媒体用ガラス基板の製造 方法を示す製造工程図である。

#### 【符号の説明】

- 1 ガラス基板
- 2 研磨工程 (精密研磨処理)
- 3 第1の洗浄工程 (第1の洗浄処理)
- 3 a 酸性水溶液
- 3 b アルカリ性水溶液
- 4 加熱工程(加熱処理)
- 5 第2の洗浄工程 (第2の洗浄処理)
- 5 a 酸性水溶液
- 5 b アルカリ性水溶液

【図1】



フロントページの続き

(72)発明者 倉知 淳史

大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号 日本板硝子株式会社内 F ターム(参考) 4G059 AA09 AB09 AC03 5D112 AA02 BA03 GA08 GA09 GA30

GB01

# This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

□ BLACK BORDERS
□ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
□ FADED TEXT OR DRAWING
□ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
□ SKEWED/SLANTED IMAGES
□ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
□ GRAY SCALE DOCUMENTS
□ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
□ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

## IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

OTHER:

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.